

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-107812  
(43)Date of publication of application : 12.05.1988

---

(51)Int.CI. C01F 17/00

---

(21)Application number : 61-255307 (71)Applicant : TDK CORP  
(22)Date of filing : 27.10.1986 (72)Inventor : SAWAMURA KENTARO  
UCHIKOBA FUMIO

---

## (54) METHOD FOR PURIFYING YTTRIUM OXIDE POWDER

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain powdery Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with high purity and useful as an auxiliary sintering agent used for obtaining a sintered body of AlN of minor lattice defect and having an excellent heat conductivity, etc., by heat-treating a powdery Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in a gas stream contg. halogen in the presence of carbon.

**CONSTITUTION:** (A) The powdery Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with 0.1W10μ particle size is heat-treated at 1,300W1,600° C for 0.5W5hr in (C) the gas stream with a flow rate of 10W100cc/min (to 1kg A component) consisting of a gaseous halogen such as Cl<sub>2</sub>, Br<sub>2</sub>, HCl, HF or fluoroethane contg. (B) 5W50vol% of a carbon source in a gaseous form such as halogenated hydrocarbon or hydrocarbonic compd. and/or in the gas stream consisting of C component added with (B') 0.01W1wt% carbon source of A component amt. such as graphite, powdery carbon or pitch, tar and phenolic resin which are heat-decomposed to carbon.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁 (JP) ⑩ 特許出願公開  
 ⑪ 公開特許公報 (A) 昭63-107812

⑫ Int.Cl.  
C 01 F 17/00

識別記号 庁内整理番号  
 7918-4G

⑬ 公開 昭和63年(1988)5月12日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 酸化イットリウム粉末の精製方法

⑮ 特願 昭61-255307

⑯ 出願 昭61(1986)10月27日

⑰ 発明者 沢村 建太郎 東京都中央区日本橋1丁目13番1号 テイーディーケイ株式会社内

⑰ 発明者 内木暢 文男 東京都中央区日本橋1丁目13番1号 テイーディーケイ株式会社内

⑰ 出願人 テイーディーケイ株式会社 東京都中央区日本橋1丁目13番1号

⑰ 代理人 弁理士 石井 陽一

### 明細書

#### 1. 発明の名称

酸化イットリウム粉末の精製方法

#### 2. 特許請求の範囲

(1) 酸化イットリウム粉末を、炭素の存在下でハロゲンを含む気流中にて熱処理することを特徴とする酸化イットリウム粉末の精製方法。

(2) 热処理温度が1300~1600°Cである特許請求の範囲第1項に記載の酸化イットリウム粉末の精製方法。

#### 3. 発明の詳細な説明

### 先行技術とその問題点

酸化イットリウム ( $Y_2O_3$ ) は種々の化合物の製造においてきわめて有用な物質であり、特に無機化合物の焼結体の製造等において、重要な役割をはたしている。

例えば電子部品の基板に用いられる窒化アルミニウム焼結体は、AlN粉末に  $Y_2O_3$  を焼結助剤として添加し焼結することにより、緻密な焼結体として得られるものである。

しかし、このような AlN 焼結体は、原料である AlN 粉末や焼結助剤中に不純物が存在すると、結晶中に格子欠陥が生じ、熱伝導性が著しく低下するものである。

このため、高純度の  $Y_2O_3$  粉末を得るために精製方法の開発が望まれている。

#### I 発明の背景

##### 技術分野

本発明は、酸化イットリウムの精製方法に関する。

#### II 発明の目的

本発明の目的は、高純度な酸化イットリウム粉末を得るための精製方法を提供することにある。

## III 発明の開示

このような目的は、下記の本発明によって達成される。

すなわち、本発明は酸化イットリウム粉末を、炭素の存在下でハロゲンを含む気流中にて熱処理することを特徴とする酸化イットリウム粉末の精製方法である。

## IV 発明の具体的構成

以下、本発明の具体的構成について詳細に説明する。

本発明の酸化イットリウム ( $Y_2O_3$ ) 粉末の精製方法は、 $Y_2O_3$  粉末を炭素の存在下でハロゲンを含む気流(ハロゲン気流)中にて熱処理するものである。

この場合、用いるハロゲン気流は、ハロゲンを原子または化合物として含むものであり、常温では固体であっても液体であってもよいが、後述の処理温度で気体であり、金属、特に

また、必要に応じ、炭素源として、ハロゲン気流中にさらに炭化水素系化合物を添加してもよい。

$Y_2O_3$  粉末は粒子径 0.1 ~ 10 μ程度、特に 0.5 ~ 5 μ程度が好ましい。

本発明では、炭素をハロゲン気流中および/または $Y_2O_3$  粉末中に存在させて熱処理を行なうものである。

ハロゲン気流中に添加する炭素としては、上記のハロゲン化炭化水素、炭化水素系化合物等があり、また $Y_2O_3$  粉末中に添加する炭素としては、黒鉛、カーボン粉、または熱分解してカーボンとなるピッチ、タール、フェノール樹脂等が好ましい。

このような炭素化合物等のハロゲン気流中の含有量は、ガスとして 5 ~ 50 vol% 程度が好ましい。また、 $Y_2O_3$  粉末中の炭素の含有量は 0.01 ~ 1 wt% 程度が好ましい。

炭素添加量が上記の範囲をこえると未反応カーボンが残在するという不都合を生じ、また

$Ca$ 、 $Mg$ 、 $Si$ 、 $Fe$ 、 $Cr$ 、 $Ni$  等と反応可能なものであることが好ましい。

従って、ハロゲン気流を構成するハロゲン系ガスとしては、塩素、臭素等のハロゲンガス、塩化水素、フッ化水素、臭化水素等のハロゲン化水素、バーフルオロエタン等のハロゲン化炭化水素などが挙げられる。

なおこれらのものを、不活性活性ガス等で希釈することによって取り扱いが容易となる。

これらハロゲン系ガスは、一般に大気圧にて気流として粉末と接触させられる。そして、その流量は、通常 $Y_2O_3$  粉末 1 Kgあたり、ハロゲン系ガス含有量で 10 ~ 100 cc/min 程度とする。

流量が多すぎると、原料の昇華がおこり、また少なすぎると本発明の効果は実現しない。

なお、上記のハロゲン化炭化水素等を用いる場合には、ハロゲン気流中に炭素が含まれるので、後述の炭素は粉末に添加しなくてもよいことがある。

上記の範囲未満のときは、本発明の効果が実現しない。

熱処理温度は 1300 ~ 1600 °C 程度、特に 1450 ~ 1600 °C 程度が好ましい。

熱処理温度が 1600 °C をこえると焼結がおこり好ましくない。また、1300 °C 未満では、不純物を充分除去することができない。

熱処理時間は 0.5 ~ 5 時間程度が好ましい。

このような $Y_2O_3$  粉末を、炭素の存在下でハロゲン気流中にて熱処理することにより、 $Y_2O_3$  粉末に含まれる不純物としての金属酸化物は炭素によって還元されて金属となり、この金属は次にハロゲン気流中でハロゲン化物となる。このようにして、生成したハロゲン化物は本発明の熱処理の条件下で昇華し、系外に揮散するため、きわめて高純度の $Y_2O_3$  粉末を得ることができる。

## V 発明の具体的な作用効果

本発明は、酸化イットリウム ( $Y_2O_3$ ) 粉末を炭素の存在下でハロゲン気流中にて熱処理するものであり、 $Y_2O_3$  粉末中の不純物は、炭素により還元された後ハロゲン気流中でハロゲン化物として昇華して系外に除去される。

このため、得られた $Y_2O_3$  粉末は、きわめて高純度なものとなる。

## VI 発明の具体的実施例

以下、本発明の具体的実施例を示し、本発明の効果をさらに詳細に説明する。

## 実施例 1

表1に示される不純物を含有する酸化イットリウム ( $Y_2O_3$ ) の所定量を、表1に示されるハロゲン気流中で熱処理を行なった。

なお、炭素源としては、表1に示される量の黒鉛を $Y_2O_3$  に添加するか、あるいはハロゲン化炭化水素をハロゲン気流とした。また、ハロゲン気流の流量は、 $10 \text{ m}^3/\text{min}$  とし

た。

熱処理後の $Y_2O_3$  粉末中の不純物量を測定し、結果を表1に示す。

なお、不純物量の測定はICPにて行なった。

表 1 (その1)

| サンプル<br>No | ハロゲン<br>気流 | 黒鉛<br>含有量<br>(wt%) | 熱処理<br>温度<br>(°C) | 不純物含有量<br>(ppm) |    |    |    |    |    |
|------------|------------|--------------------|-------------------|-----------------|----|----|----|----|----|
|            |            |                    |                   | Si              | Ca | Cr | Cu | Fe | Ni |
| 0<br>(無処理) | —          | —                  | —                 | 90              | 10 | 10 | 10 | 10 | 40 |
| 1-1        | バーフルオルエタン  | —                  | 1300              | 90              | 8  | —  | —  | —  | —  |
| 1-2        | バーフルオルエタン  | —                  | 1350              | 90              | 8  | —  | —  | —  | —  |
| 1-3        | バーフルオルエタン  | —                  | 1400              | 50              | 8  | —  | —  | —  | —  |
| 1-4        | バーフルオルエタン  | —                  | 1450              | 10              | 8  | —  | —  | —  | —  |
| 1-5        | バーフルオルエタン  | —                  | 1500              | —               | 7  | —  | —  | —  | —  |
| 1-6        | バーフルオルエタン  | —                  | 1550              | —               | 6  | —  | —  | —  | —  |
| 1-7        | バーフルオルエタン  | —                  | 1600              | —               | 6  | —  | —  | —  | —  |
| 2-1        | 塩化水素       | 0.1                | 1300              | 90              | 9  | —  | —  | —  | —  |
| 2-2        | 塩化水素       | 0.1                | 1350              | 90              | 9  | —  | —  | —  | —  |
| 2-3        | 塩化水素       | 0.1                | 1400              | 90              | 9  | —  | —  | —  | —  |
| 2-4        | 塩化水素       | 0.1                | 1450              | 40              | 9  | —  | —  | —  | —  |
| 2-5        | 塩化水素       | 0.1                | 1500              | 30              | 9  | —  | —  | —  | —  |
| 2-6        | 塩化水素       | 0.1                | 1550              | 16              | 8  | —  | —  | —  | —  |
| 2-7        | 塩化水素       | 0.1                | 1600              | 12              | 8  | —  | —  | —  | —  |
| 3-1        | 塩素         | 0.1                | 1300              | 90              | 10 | —  | —  | —  | —  |
| 3-2        | 塩素         | 0.1                | 1350              | 80              | 10 | —  | —  | —  | —  |
| 3-3        | 塩素         | 0.1                | 1400              | 90              | 10 | —  | —  | —  | —  |
| 3-4        | 塩素         | 0.1                | 1450              | 80              | 10 | —  | —  | —  | —  |
| 3-5        | 塩素         | 0.1                | 1500              | 70              | 10 | —  | —  | —  | —  |
| 3-6        | 塩素         | 0.1                | 1550              | 50              | 4  | —  | —  | —  | —  |
| 3-7        | 塩素         | 0.1                | 1600              | 50              | 3  | —  | —  | —  | —  |

表 1 (その2)

| サンプル<br>No | ハロゲン<br>気流 | 黒鉛<br>含有量<br>(wt%) | 熱処理<br>温度<br>(°C) | 不純物含有量<br>(ppm) |    |    |    |    |    |
|------------|------------|--------------------|-------------------|-----------------|----|----|----|----|----|
|            |            |                    |                   | Si              | Ca | Cr | Cu | Fe | Ni |
| 4-1        | フッ化水素      | 0.1                | 1300              | 90              | 10 | —  | —  | —  | —  |
| 4-2        | フッ化水素      | 0.1                | 1350              | 90              | 10 | —  | —  | —  | —  |
| 4-3        | フッ化水素      | 0.1                | 1400              | 80              | 10 | —  | —  | —  | —  |
| 4-4        | フッ化水素      | 0.1                | 1450              | 80              | 10 | —  | —  | —  | —  |
| 4-5        | フッ化水素      | 0.1                | 1500              | 75              | 7  | —  | —  | —  | —  |
| 4-6        | フッ化水素      | 0.1                | 1550              | 75              | 7  | —  | —  | —  | —  |
| 4-7        | フッ化水素      | 0.1                | 1600              | 75              | 6  | —  | —  | —  | —  |
| 5-1        | 臭化水素       | 0.1                | 1300              | 90              | 10 | —  | —  | —  | —  |
| 5-2        | 臭化水素       | 0.1                | 1350              | 90              | 9  | —  | —  | —  | —  |
| 5-3        | 臭化水素       | 0.1                | 1400              | 90              | 9  | —  | —  | —  | —  |
| 5-4        | 臭化水素       | 0.1                | 1450              | 85              | 9  | —  | —  | —  | —  |
| 5-5        | 臭化水素       | 0.1                | 1500              | 85              | 8  | —  | —  | —  | —  |
| 5-6        | 臭化水素       | 0.1                | 1550              | 80              | 6  | —  | —  | —  | —  |
| 5-7        | 臭化水素       | 0.1                | 1600              | 80              | 6  | —  | —  | —  | —  |

注) 不純物含有量の「—」は測定不能などを示す。

表1に示される結果より本発明の効果は明らかである。

出願人 ティーディーケイ株式会社

代理人 弁理士 石井陽一

